

12

②① Anmeldenummer: 81200894.4

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: C 08 G 18/80  
 C 08 G 18/79, C 09 D 3/72  
 C 08 G 18/75

② Anmeldetag: 10.08.81

③ Priorität: 13.08.80 DE 3030539

④ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
17.02.82 Patentblatt 82/7

Ⓔ Benannte Vertragsstaaten:  
BE CH DE FR GB IT U LU NL SE

71 Anmelder: CHEMISCHE WERKE HÜLS AG  
Postfach 1320  
D-4370 Marl 1(DE)

**(72) Erfinder: - Disteldorf, Josef, Dr.**  
**Am Sengenhoff 2a**  
**D-4690 Herne 1 (DE)**

72 Erfinder: Gras, Rainer, Dr.  
An der Ziegelei 91  
D-4690 Herne 2(DE)

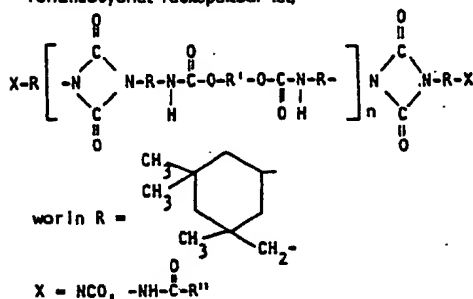
(72) Erfinder: Schnurbusch, Horst, Dr.  
Overwegstrasse 36  
D-4690 Herten 1(DE)

74 Vertreter: Stell, Hanna, Dipl.-Chem.  
RSP PATENTE - PB 40 Herzogstrasse 28 Postfach 2840  
D-4690 Herne 2(DE)

⑤4 Verfahren zur Herstellung von abspaltfreien Polyurethan-Pulverlacken sowie die danach hergestellten Lacke.

57 Verfahren zur Herstellung von absplattfreien Polyurethan-Pulverlacken mit hoher Lagerstabilität, die oberhalb 120°C härtbar sind, auf Basis von linearen, irreversibel teilweise und vollständig blockierten Uretidiongruppen aufweisenden Polyadditionsverbindungen und Polyolen, wobei  
a. lineare, irreversible teilweise oder vollständig mit Monoalkoholen bzw. Monoaminen endständig blockierte Uretidiongruppen aufweisende Isophorondiisocyanat-Diol-Polyadditionsverbindungen, deren uretidionhaltiges Isophorondiisocyanat in der Hitze zu >98 % in Isophorondiisocyanat rückspaltbar ist.

a. lineare, irreversible teilweise oder vollständig mit Monoalkoholen bzw. Monoaminen endständig blockierte Uretidiongruppen aufweisende isophorondisocyanat-Diol-Polyadditionsverbindungen, deren uretidionhaltiges isophorondisocyanat in der Hitze zu >98 % in isophorondisocyanat rückspaltbar ist



**R'** = zweiwertiger aliphatischer, cycloaliphatischer oder araliphatischer Kohlenwasserstoffrest des Diols und  $n \geq 1$ .

R' = Monoalkoholrest oder primärer bzw. sekundärer Monoaminrest mit 1 - 30 C-Atomen bedeuten.

mit einem NCO/OH-Verhältnis von Uretidion-  
isophorondisocyanat zu Diol von 1 : 0,5 bis 1 : 0,9,  
insbesondere 1 : 0,6 bis 1 : 0,8, einem Uretidion/  
Diol-Molverhältnis zwischen 2 : 1 bis 6 : 5, vorzugsweise  
3 : 2 bis 5 : 4, Molekulargewichten zwischen 1500 und  
2000 und Schmelzpunkten von  $\geq 70^{\circ}\text{C}$  bis  $\leq 130^{\circ}\text{C}$ ,  
vorzugsweise von  $85^{\circ}\text{C}$  bis  $120^{\circ}\text{C}$ , mit

**b. Polyhydroxylverbindungen einer OH-Funktionalität von  $\geq 3,4$  bis  $\leq 7$ , vorzugsweise 3,7 bis 4,5, einem mittleren Molekulargewicht von 2000 bis 5000, vorzugsweise von 2500 bis 4500, OH-Zahlen zwischen 30 und 100 mg KOH/g, vorzugsweise zwischen 40 und 80 mg KOH/g, einer Viskosität von  $<100\,000$  mPa·s, vorzugsweise  $<40\,000$  mPa·s, bei  $160^\circ\text{C}$  und einem Schmelzpunkt von  $\geq 70^\circ\text{C}$  und  $\leq 120^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $75^\circ\text{C}$  bis  $100^\circ\text{C}$ , und mit**

1/25/85

c. in der Polyurethanchemie üblichen Additiven umgesetzt werden, und das Mengenverhältnis von *a.* und *b.* so gewählt wird, daß das NCO/OH-Verhältnis bei 0,8 : 1 bis 1,2 : 1 liegt.

Ferner die nach dem Verfahren hergestellten Polyurethan-Pulverlacke.

Verfahren zur Herstellung von abspaltfreien Polyurethan-Pulver-  
lacken sowie die danach hergestellten Lacke

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung abspaltfreier Polyurethan-Pulverlacke mit sehr guter Lagerstabilität, die oberhalb 120 °C zu harten, schlagzähen, glatten und wetterstabilen Lackfilmen aushärten sowie die danach hergestellten

5 Pulverlacke.

Gemäß DE-OS 25 02 934 ist es bekannt, PUR-Pulverlacke herzustellen, indem latente, gleichzeitig Uretdiongruppen und mit Blockierungsmitteln endständig blockierte Isocyanatgruppen enthaltende Polyisocyanate mit Polyolen gehärtet werden. Aufgrund  
10 der verwendeten Blockierungsmittel treten während der Härtung nach wie vor mehr oder minder umfangreiche Umweltbelastungen auf. Außerdem spielt in diesem Fall die Funktionalität der Vernetzerkomponente keine Rolle bei der Lackaufarbeitung.

Auch in der DE-OS 24 20 475 werden Polyurethan-Pulverlacke be-  
15 schrieben, die durch Reaktion Uretdiongruppen-aufweisender Polyisocyanate mit Polyolen hergestellt werden. Allerdings beschränken sich die Beispiele ausschließlich auf Uretdion-Toluylendiisocyanat und Uretdion-Hexamethylendiisocyanat. Außerdem ist es hier notwendig, durch monofunktionelle Reaktionspartner den höherfunk-  
20 tionellen Anteil der Vernetzer zu kompensieren, d.h. daß die Uretdion/Isocyanurat-Gemische zunächst linearisiert werden müssen.

Mit den zum Stand der Technik zählenden Dimerisierungskatalysatoren (tert. Phosphine) war es bis jetzt nicht möglich, ein  
25 isocyanuratfreies Uretdion des Isophorondiisocyanats (IPDI) herzustellen. Ein nach der DE-OS 16 70 720 bzw. DE-OS 19 34 763 hergestelltes Uretdion-Isophorondiisocyanat enthält je

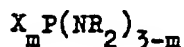
nach Reaktionsbedingungen noch ca. 20 - 40 Gew.-% des trimeren IPDI (Isocyanurat-Isophorondiisocyanat) im Gemisch.

Es ist daher nicht überraschend, daß bisher keine abspalt-  
freien Polyurethan-Pulverlacke bekannt sind, die aus linearen  
5 Uretdiongruppen aufweisenden, irreversibel teilweise oder voll-  
ständig blockierten Polyisocyanat-Polyadditionsverbindungen  
und Polyolen aufgebaut sind, da die Voraussetzung für die Her-  
stellung der oben genannten Uretdiongruppen aufweisenden Poly-  
additionsverbindungen darin bestehen, daß das zur Kettenverlän-  
10 gerung mit Diolen eingesetzte Uretdion-Diisocyanat eine NCO-  
Funktionalität von 2 besitzt. Bei einer NCO-Funktionalität des  
Uretdion-Diisocyanats von  $>2$  muß bei dessen Umsetzung mit  
Diolen bereits mit teilweiser Gelierung gerechnet werden.

Für eine gezielte Weiterreaktion mit Diolen zur Herstellung  
15 von wertvollen Ausgangsverbindungen für die Polyurethanchemie  
(Bindemittelkomponente von (blockierungsmittelfreien PUR-  
Pulvern) kommt das bekannte isocyanurathaltige Uretdion-  
Isophorondiisocyanat nicht in Frage.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen blockierungsmittel-  
20 freien Polyurethan-Pulverlacke wurde erst dadurch möglich,  
daß es gelang, einen Katalysator für die Dimerisierung von  
IPDI zu finden, der die Herstellung eines praktisch iso-  
cyanuratifreien Uretdion-Isophorondiisocyanats, welches in  
der Hitze zu über 98 % wieder in IPDI rückspaltbar ist,  
25 gestattet.

Die Herstellung dieses uretdionhaltigen Isophorondiisocyanats  
ist nicht Gegenstand dieser Patentanmeldung. Sie erfolgt  
dadurch, daß man Isophorondiisocyanat gegebenenfalls in  
einem inerten organischen Lösungsmittel mit Hilfe eines  
30 Katalysators der allgemeinen Formel



wobei  $m = 0, 1, 2$

X: Cl, OR, R

R: gleiche oder verschiedene Alkyl-, Aralkyl-,  
gegebenenfalls alkylsubstituierte Cycloalkyl-  
reste und 2 (R-1H) Bestandteile eines gemeinsamen  
Ringes bedeuten

bei Temperaturen von 0 - 80 °C, vorzugsweise 10 - 30 °C,  
dimerisiert, und das gebildete 1,3-Diazacyclobutadion-2,4 nach  
einem Umsatz von 5 - 70, vorzugsweise 20 - 50 %, ohne vorgehende  
Desaktivierung des Katalysators aus dem Reaktionsgemisch durch  
Dünnschichtdestillation als Rückstand sowie Katalysator und Mono-  
meres im Destillat isoliert.

Aus diesem reinen uretdionhaltigen Isophorondiisocyanat  
erfolgt mit Diolen die Polyadduktbildung, die hier  
ebenfalls nicht beansprucht wird.

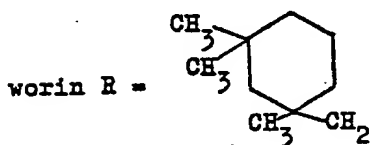
Außerdem wurde die Herstellung der erfindungsgemäßen abspalt-  
freien Polyurethan-Pulverlacke auch erst dadurch möglich, daß  
es gelang, Polyhydroxylverbindungen herzustellen, die aufgrund  
ihrer physikalischen und chemischen Kenndaten ausgezeichnete  
Stabilität, durch die niedrige Schmelzviskosität einen guten  
Verlauf der Lackfilme gewährleisten.

Es wurde nun gefunden, daß man äußerst hochwertige Polyurethan-  
Pulverlacke dann erhält, wenn man als Vernetzer bestimmte,  
isocyanatfreie uretdiongruppenhaltige Isophorondiisocyanat-  
Polyadditionsprodukte in Verbindung mit Polyhydroxylverbin-  
dungen niedriger Schmelzviskosität und für die Vernetzung  
des Lackfilms ausreichender OH-Funktionalität einsetzt, die  
im wesentlichen frei von unter Härtingsbedingungen abspalt-  
baren, flüchtigen Isocyanat-Blockierungsmitteln sind. Diese  
erfindungsgemäßen Überzugsmittel besitzen zudem den Vorzug,  
auch in hohen Schichtdicken Lackierungen zu ergeben, ohne

5

15

20


$$X = -\text{NCO}, -\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{R}^n$$

25

**R<sup>11</sup>**

mit einem NCO/OH-Verhältnis von Uretidion-Isophorondiisocyanat zu Diol von 1 : 0,5 bis 1 : 0,9, insbesondere 1 : 0,6 bis 1 : 0,8, einem Uretidion/ Diol -Molverhältnis zwischen 2 : 1 bis 6 : 5, vorzugsweise 3 : 2 bis 5 : 4, Molekulargewichten zwischen 550 und 4300, vorzugsweise zwischen 1500 und 2000, und Schmelzpunkten von  $\geq 70^\circ\text{C}$  bis  $\leq 130^\circ\text{C}$ , vorzugsweise von  $85^\circ\text{C}$  bis  $120^\circ\text{C}$  mit

b. Polyhydroxylverbindungen einer OH-Funktionalität von  $\geq 3,4$  bis  $\leq 7$ , vorzugsweise 3,7 bis 4,5, einem mittleren Molekulargewicht von 2000 bis 5000, vorzugsweise von 2500 bis 4500, OH-Zahlen zwischen 30 und 100 mg KOH/g, vorzugsweise zwischen 40 und 80 mg KOH/g, einer Viskosität von  $< 100\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ , vorzugsweise  $< 40\,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$  bei  $160^\circ\text{C}$  und einem Schmelzpunkt von  $\geq 70^\circ\text{C}$  bis  $\leq 120^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $75^\circ\text{C}$  bis  $100^\circ\text{C}$ , und mit

c. in der Polyurethanchemie üblichen Additiven umgesetzt werden, wobei das Mengenverhältnis von a. und b. so gewählt wird, daß das NCO-OH-Verhältnis bei 0,8 : 1 bis 1,2 : 1 liegt.

20 Zu den üblichen Additiven gehören beschleunigende Katalysatoren, Pigmente, Farbstoffe und Füllstoffe. Die Katalysatoren werden in Mengen von 0,05 - 1,5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 - 0,5 Gew.-%, zugesetzt. Der Füllgrad ist hoch, er kann bis zu 60 Gew.-%, vorzugsweise bis 50 Gew.-%, liegen.

25 Weiterer Gegenstand der Erfindung sind die wie beansprucht hergestellten Polyurethan-Pulverlacke.

Das isocyanatfreie Uretidion des Isophorondiisocyanats ist bei Raumtemperatur hochviskos ( $> 10^6\text{ mPa}\cdot\text{s}$ ; bei  $60^\circ\text{C}/13\cdot 10^3\text{ mPa}\cdot\text{s}$ , bei  $80^\circ\text{C}$   $1,4 \cdot 10^3\text{ mPa}\cdot\text{s}$ ). Sein NCO-Gehalt liegt im Bereich

von 16,8 - 18 % NCO; d.h. daß mehr oder minder hohe Anteile an Polyuretdionen des IPDI im Reaktionsprodukt vorliegen müssen. Der Monomergehalt liegt bei 1 %. Der NCO-Gehalt des Reaktionsprodukts nach dem Erhitzen auf 180 - 200 °C beträgt  
5 37,1 - 37,7 % NCO.

Dieses Urettdion-Isophorondiisocyanat wird zunächst mit Diolen in einem NCO/OH-Verhältnis von 1 : 0,5 bis 1 : 0,9, vorzugsweise 1 : 0,6 - 1 : 0,8, umgesetzt; anschließend erfolgt dann die Umsetzung mit den irreversiblen Blockierungsmitteln, wie  
10 Monoalkoholen bzw. Monoaminen. Man kann dabei so arbeiten, daß das Diol in einem Guß oder durch allmähliches Eintragen in das Urettdion-Isophorondiisocyanat zugefügt wird. Danach wird mit Monoalkoholen bzw. Monoaminen teilweise oder vollständig blockiert.

Beispiele derartiger Diole sind Ethylenglykol, Propylen-(1,2)  
15 und -(1,3)-glykol, 2-Ethyl-hexandiol-(1,3), Hexan-diol-(1,6), Octandiol-(1,8), Neopentylglykol, 1,4-Bishydroxymethylcyclohexan, 3(4), 8(9)-Bishydroxymethyltricyclodecan, 2-Methylpropandiol-(1,3), 3-Methylpentandiol-(1,5), ferner Diethylenglykol, Triethylenglykol, Tetraethylenglykol, Dipropylenglykol und Dibutylenglykol.  
20 Bevorzugt findet Butylenglykol-(1,4) als verknüpfendes Diol zum Aufbau Anwendung.

Geeignete einwertige Alkohole sind Methanol, Ethanol, n-Butanol, 2-Ethylhexanol, n-Decanol, Cyclohexanol. Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich im besonderen Maß als Bindemittelkom-  
25 ponente für PUR-Pulverlacke, die beim Härten kein Blockierungsmittel abspalten.

Zur Herstellung des Polyadditionsproduktes werden die Reaktionspartner in den angegebenen Mengenverhältnissen gemischt. Im allgemeinen wird die uretdionhaltige Isocyanatkomponente vorge-  
30 legt, das Diol zugegeben und anschließend der monofunktionelle Reaktionspartner zugesetzt. Die Reaktion kann in Substanz oder



auch in Gegenwart geeigneter Lösungsmittel durchgeführt werden. Geeignete Lösungsmittel sind z.B. Benzol, Toluol, Methyl- bzw. Ethylglykol-acetat, Dimethylformamid, Xylol und andere aromatische oder aliphatische Kohlenwasserstoffe; auch Ketone, wie

5 Aceton, Methylbutylketon, Methylisobutylketon, Cyclohexanon und chlorierte aromatische Kohlenwasserstoffe sowie beliebige Gemische dieser und anderer inerter Lösungsmittel.

Die Umsetzung wird im allgemeinen bei Temperaturen von 50 - 120 °C, vorzugsweise 60 - 90 °C, durchgeführt. Die Reaktionskomponenten

10 werden so lange bei den angegebenen Temperaturen erhitzt, bis alle Glykol-OH-Gruppen unter Bildung von Urethangruppen umgesetzt sind. Dies dauert je nach Reaktionstemperatur 0,5 - 4 h. Danach wird der Monoalkohol zugefügt und die Reaktionsmischung wird so lange weiter erhitzt, bis pro eingesetztes OH die äquivalente

15 Menge NCO umgesetzt worden ist. Die Aufarbeitung der Reaktionsansätze erfolgt in der Regel so, daß man die Polyuretdion-Polyurethane vom gegebenenfalls mitverwendeten Lösungsmittel befreit. Das kann durch einfaches Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum erfolgen. Besonders geeignet zur Beseitigung des Lösungsmittels

20 ist die Schmelzextrusion in einer Ausdampfschnecke.

Es können auch die Isocyanat-Polyaddition beschleunigenden Katalysatoren mitverwendet werden; bevorzugt finden organische Zinnverbindungen, wie Zinn-II-acetat, Zinn-II-octoat, Zinn-II-laurat, Dibutyl-zinndiacetat, Dibutylzinn-dilaurat, Dibutyl-

25 zinnmaleat oder Dioctylzinndiacetat als Katalysatoren Verwendung. Die Katalysatoren werden im allgemeinen in einer Menge zwischen 0,01 und 0,5 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der eingesetzten Reaktanten, eingesetzt.

Anstelle der Monoalkohole als Blockierungsmittel können auch

30 primäre oder sekundäre Monoamine eingesetzt werden. Als Monoamine eignen sich z.B. n-Propylamin, n-Butylamin, n-Hexylamin,

Dibutylamin, Dicyclohexylamin.

Bei der Umsetzung des Uretidion-Isophorondiisocyanat-Diol-Polyadditionsproduktes mit primären oder sekundären Monoaminen empfiehlt es sich, das Amin portionsweise zuzugeben, da die

- 5  $\text{NH}_2/\text{NCO}$ -Reaktion sehr schnell und mit großer Wärmetönung abläuft. Die Isolierung der Reaktionsprodukte erfolgt wie vorher ausgeführt. Der Gesamt-NCO-Gehalt wird durch Titration mit Di-n-butylamin bestimmt, während durch Titration mit Di-sek-butylamin der Gehalt an freien NCO-Gruppen ermittelt wird.
- 10 Die erfindungsgemäß eingesetzten Isophorondiisocyanat-Uretidion-Polyadditionsprodukte sind mahlbar bzw. pulverisierbar und lassen sich in dieser Form in Reaktionspartnern homogen verteilen. Ein großer Vorteil ist, daß die erfindungsgemäß zu verwendenden Uretidion-Polyadditionsprodukte Reaktivpulver darstellen, die mit Reaktions-
- 15 partnern definierte Vernetzungsreaktionen eingehen können und dabei keine Blockierungsmittel abspalten. Als Reaktionspartner kommen Verbindungen in Frage, die solche funktionellen Gruppen tragen, die sich mit Isocyanatgruppen während des Härtingsprozesses in Abhängigkeit von der Temperatur und Zeit umsetzen, z.B.
- 20 Hydroxy-, Carboxyl-, Mercapto-, Amino-, Amid-, Urethan- und (Thio)Harnstoffgruppen. Als Polymere können Polymerisate, Polykondensate und Polyadditionsverbindungen eingesetzt werden.

- Bevorzugte Komponenten sind in erster Linie Polyether, Polythioether, Polyacetale, Polyesteramide, Epoxidharze mit Hydroxyl-
- 25 gruppen im Molekül, Phenol/Formaldehyd-Harze, Aminoplaste und ihre Modifizierungsprodukte mit polyfunktionellen Alkoholen, Anilin/Formaldehyd-Harze, Polyazomethine, Polyurethane, Polyharnstoffe und Polythioharnstoffe, Polysulfonamide, Melaminabkömmlinge, Celluloseester und -ether, teilweise verseifte Homo-
  - 30 und Copolymerisate von Vinylestern, teilweise acetalisierte Polyvinylalkohole, insbesondere aber Polyester und Acrylatharze.

Die erfindungsgemäß eingesetzten hydroxylgruppenhaltigen Polymere haben eine OH-Funktionalität von  $\geq 3,4$  bis  $\leq 7$ , vorzugsweise 3,7 bis 4,5. Hydroxylzahlen zwischen 30 und 120 mg KOH/g, vorzugsweise zwischen 40 und 100 mg KOH/g, Viskosität  $< 100\ 000$  mPa·s, 5 vorzugsweise  $< 40\ 000$  mPa·s bei 160 °C und Schmelzpunkte von  $\geq 65$  °C bis  $\leq 130$  °C, vorzugsweise 75 °C - 100 °C. In der folgenden Aufzählung werden bevorzugte Komponenten genannt:

Für die Herstellung von Polyestern bevorzugte Carbonsäuren können aliphatischer, cycloaliphatischer, aromatischer und/oder 10 heterocyclischer Natur sein und gegebenenfalls, z.B. durch Halogenatome, substituiert und/oder ungesättigt sein. Als Beispiele hierfür seien genannt:

Bernsteinsäure, Adipinsäure, Korksäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Phthalsäure, Terephthalsäure, Isophthalsäure, Trimellithsäure, 15 Pyromellithsäure, Tetrahydrophthalsäure, Hexahydrophthalsäure, Di- und Tetrachlorphthalsäure, Endomethylen-tetrahydrophthalsäure und ihr Hexachlorderivat, Glutarsäure, Maleinsäure, Fumarsäure bzw. - soweit zugänglich - deren Anhydride, dimere und trimere Fettsäuren, wie Ölsäure, gegebenenfalls in Mischung mit monomeren 20 Fettsäuren, Terephthalsäuredimethylester, Terephthalsäure-bis-glykolester, weiterhin cyclische Monocarbonsäuren, wie Benzoesäure, p-tert.-Butylbenzoesäure oder Hexahydrobenzoesäure. Als mehrwertige Alkohole kommen z.B. Ethylenglykol, Propylenglykol-(1,2) und -(1,3), Butylenglykol-(1,4)- und -(2,3), Di-( $\beta$ -hydroxyethyl- 25 butandiol, Hexandiol-(1,6), Octandiol-(1,8), Neopentylglykol, Cyclohexandiol, 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan, 2,2-Bis-(4-hydroxy-cyclohexyl)-propan, 2,2-Bis-(4-( $\beta$ -hydroxyethoxy)-phenyl)-propan, 2-Methyl-1,3-propandiol, Glycerin, Trimethylolpropan, Hexantriol-(1,2,6), Butandiol-(1,2,4), Tris-( $\beta$ -hydroxyethyl)-isocyanurat, Trimethylolethan, Pentaerythrit, Chinit, 30 Manait und Sorbit, Formose und deren Hydroxyalkylierungsprodukte,

- Methylglykosid, ferner Diethylenglykol, Triethylenglykol, Tetraethylenglykol, Polyethylenglykole, Dipropylenglykol, Tripropylenglykol, Polypropylenglykole, Dibutylenglykol, Polybutylenglykole und Xylylenglykol in Frage. Auch Mono-
- 5 und Polyester aus Lactonen, z.B.  $\epsilon$ -Caprolacton oder Hydroxycarbonsäuren, wie z.B. Hydroxypivalinsäure,  $\omega$ -Hydroxydecan-säure,  $\omega$ -Hydroxycapronsäure, Thioglykolsäure, können einge-  
setzt werden; Polyester aus den oben genannten Polycarbon-  
säuren bzw. deren Derivate und Polyphenolen, wie Hydrochinon,
- 10 Bisphenol-A; 4,4'-Dihydroxybiphenyl oder Bis-(4-hydroxy-  
phenyl)-sulfon; mit Fettsäuren modifizierte Polyester (Ölalkyde)  
sowie natürlich vorkommende gesättigte oder ungesättigte Poly-  
ester, ihre Abbauprodukte oder Umesterungsprodukte mit Polyolen,  
wie Rizinusöl, Tallöl, Sojaöl, Leinöl; Polyester der Kohlen-
- 15 säure, die aus Hydrochinon, Diphenylolpropan, p-Xylylenglykol,  
Ethylenglykol, Butandiol oder Hexandiol-1,6 und anderen Poly-  
olen durch übliche Kondensationsreaktionen, z.B. mit Phosgen  
oder Diethyl- bzw. Diphenylcarbonat, oder aus cyclischen Car-  
bonaten, wie Glykolcarbonat oder Vinylidencarbonat, durch
- 20 Polymerisation in bekannter Weise erhältlich sind; Polyester  
der Kieselsäure, Polyester der Phosphonsäure, z.B. aus Methan,  
Ethan,  $\beta$ -Chlorethan-, Benzol- oder Styrolphosphonsäure, -phospon-  
säurechlorid oder -phosphonsäureester und Polyalkoholen oder  
Polyphenolen der oben genannten Art; Polyester der phosphorigen
- 25 Säure aus Phosphorigsäure, Phosphorigsäureestern, -esteramiden  
oder -esterchloriden und Polyalkoholen, Polyetheralkoholen und  
Polyphenolen; Polyester der Phosphorsäure, z.B. aus Poly-  
estern der phosphorigen Säure durch Oxidation oder durch Um-  
esterung von Phosphorsäureestern mit Polyalkoholen oder Poly-
- 30 phenolen; Polyester der Borsäure; Polysiloxane, wie z.B.  
die durch Hydrolyse von Dialkyldichlorsilanen mit Wasser und  
nachfolgende Behandlung mit Polyalkoholen oder die durch  
Anlagerung von Polysiloxan-dihydriden an Olefine, wie Allyl-  
alkohol oder Acrylsäure, erhältlichen Produkte.

Bevorzugte Polyester sind z.B. auch die Reaktionsprodukte von Polycarbonsäuren und Glycidylverbindungen, wie sie z.B. in der DE-OS 24 10 513 beschrieben sind.

- 5 Beispiele für Glycidylverbindungen, die verwendet werden können, sind Ester des 2,3-Epoxy-1-propanols mit monobasischen Säuren, die 4 - 18 Kohlenstoffatome haben, wie Glycidylpalmitat, Glycidyl-laurat und Glycidylstearat; Alkylenoxide mit 4 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie Butylenoxid und Glycidylether, wie Octylglycidylether.

- 10 Als Dicarbonsäuren können bei diesem Verfahren sämtliche unter II im folgenden aufgeführte Polycarbonsäuren verwendet werden. Monocarbonsäuren, welche beispielsweise unter III aufgeführt sind, können ebenfalls eingesetzt werden.

- 15 Bevorzugte Komponenten sind auch monomere Ester, z.B. Dicarbonsäure-bis-(hydroxyalkohol)ester, Monocarbonsäureester von mehr als 2-wertigen Polyolen und Oligoester, die durch Kondensationsreaktionen aus in der Lackchemie üblichen Rohstoffen hergestellt werden können. Als solche sind z.B. anzusehen:

- 20 I. Alkohole mit 2 - 24, vorzugsweise 2 - 10 C-Atomen, und 2 - 6 an nichtaromatischen C-Atomen gebundenen OH-Gruppen, z.B. Ethylenglykol, Propylenglykole, Diethylenglykol, Di-propylenglykol, Butandiole, Neopentylglykol, Hexandiole, Hexantrirole, Perhydrobisphenol, Dimethylolcyclohexan, Glycerin, Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Penta-erythrit, Dipentaerythrit, Mannit;
- 25 II. Di- und Polycarbonsäuren mit 4 - 36 C-Atomen und 2 - 4 Carboxylgruppen, sowie deren veresterungsfähige Derivate, wie Anhydride und Ester, z.B. Phthalsäure(anhydrid), Isophthalsäure, Terephthalsäure, Alkyltetrahydrophthal-säure, Endomethylen-tetrahydrophthalsäureanhydrid, Adipin-säure, Bernsteinsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Dimerfett-säuren, Trimellithsäure, Pyromellithsäure, Azelainsäure;
- 30

- III. Monocarbonsäuren mit 6 - 24 C-Atomen, z.B. Caprylsäure, 2-Ethylhexansäure, Benzoesäure, p-tert.-Butylbenzoesäure, Hexahydrobenzoesäure, Monocarbonsäuregemische natürlicher Öle und Fette, wie Cocosölfettsäure, Sojaölfettsäure, Ricinenfettsäure, hydrierte und isomerisierte Fettsäuren, wie "Konjuvandol"-fettsäure, sowie deren Gemische, wobei die Fettsäuren auch als Glyceride einsetzbar sind und unter Umesterung und/oder Dehydratisierung umgesetzt werden können;
- 10 IV. einwertige Alkohole mit 1 - 18 C-Atomen, z.B. Methanol, Ethanol, Isopropanol, Cyclohexanol, Benzylalkohol, Isodecanol, Nonanol, Octanol, Oleylalkohol.

- Die Polyester können auf an sich bekannte Weise durch Kondensation in einer Inertgasatmosphäre bei Temperaturen von 15 100 - 260 °C, vorzugsweise 130 - 220 °C, in der Schmelze oder in azeotroper Fahrweise gewonnen werden, wie es z.B. in Methoden der Organischen Chemie (Houben-Weyl), Bd. 14/2, 1 - 5, 21 - 23, 40 - 44 Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1963 oder bei C.R. Martens, Alkyd Resins, 51 - 59, Reinhold Plastics Appl. Series, 20 Reinhold Publishing Comp., New York, 1961 beschrieben ist.

Bevorzugte Acrylatharze, welche als OH-Komponente verwendet werden können, sind Homo- oder Copolymerisate, wobei z.B. folgende Monomere als Ausgangsprodukte gewählt werden können:

- Ester der Acrylsäure und Methacrylsäure mit zweiwertigen, gesättigten, aliphatischen Alkoholen mit 2 - 4 C-Atomen, wie 25 z.B. 2-Hydroxyäthylacrylat, 2-Hydroxypropylacrylat, 4-Hydroxybutylacrylat und die entsprechenden Methacrylsäureester; Acrylsäure und Methacrylsäure; Acrylsäure und Methacrylsäurealkylester mit 1 - 18, vorzugsweise 1 - 8 C-Atomen in der Alkoholkomponente, 30 wie z.B. Methylacrylat, Ethylacrylat, Propylacrylat, Isopropylacrylat, n-Butylacrylat, tert.-Butylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat,

Stearylacrylat und die entsprechenden Methacrylsäureester; Acrylsäure- und Methacrylsäurecyclohexylester; Acrylnitril und Methacrylnitril; Acrylamid und Methacrylamid; N-Methoxymethyl(meth)acrylsäureamid.

5 Besonders bevorzugte Acrylharze sind Copolymere aus

- a. 0 - 50 Gew.-% Monoester der Acryl- oder Methacrylsäure mit zwei- oder mehrwertigen Alkoholen, wie Butandiol-(1,4)-methylacrylat, Hydroxypropyl(meth)acrylat; ferner Vinylglykol, Vinylthioethanol, Allylalkohol, Butandiol-1,4-monovinylether;
- 10 b. 5 - 95 Gew.-% Ester der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit einwertigen Alkoholen, die 1 bis 12 Kohlenstoffatome enthalten, wie z.B. Methylmethacrylat, Ethylacrylat, n-Butylacrylat oder 2-Ethylhexylacrylat;
- c. 0 - 50 Gew.-% aromatische Vinylverbindungen, wie Styrol, 15 Methylstyrol oder Vinyltoluol;
- d. 0 - 20 Gew.-% andere Monomere mit funktionellen Gruppen, wie z.B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Crotonsäure, Itaconsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Maleinsäureanhydrid, Maleinsäurehalbester, Acrylamid, Methacrylamid, Acrylnitril oder 20 N-Methylol(meth)acrylamid sowie Glycidyl(meth)acrylat, wobei der Anteil der Gruppe a. und/oder d. mindestens 5 Gew.-% beträgt.

Die Acrylatharze können nach den üblichen Methoden hergestellt werden, also durch Lösungs-, Suspensions-, Emulsions- oder 25 Fällungspolymerisation; bevorzugt aber durch Substanzpolymerisation, die ihrerseits mittels UV-Licht initiiert werden kann.

Als weitere Polymerisationsinitiatoren werden die üblichen Peroxide oder Azoverbindungen, wie z.B. Dibenzoylperoxid, tert.-Butylperbenzoat, oder Azodiisobutyronitril verwendet. Das Molekulargewicht kann z.B. mit Schwefelverbindungen, wie tert.-Dodecylmercaptan, geregelt werden. 30

- Bevorzugte Polyether können z.B. durch Polyaddition von Epoxiden, wie Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Trimethylenoxid, 3,3-Bis-(chlor-methyl)-oxacyclobutan, Tetrahydrofuran, Styroloxid, dem Bis-(2,3)-epoxypropylether des
- 5 Diphenylolpropans oder Epichlorhydrin mit sich selbst, z.B. in Gegenwart von  $\text{BF}_3$ , oder durch Anlagerung dieser Epoxide, gegebenenfalls im Gemisch oder nacheinander, an Startkomponenten mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen, wie Alkohole oder Amine, z.B. Wasser, Ethylenglykol, Propylenglykol-(1,3)
- 10 oder -(1,2), Pentamethylenglykol, Hexandiol, Decamethylenglykol, Trimethylolpropan, 4,4'-Dihydroxydiphenylpropan, Anilin, Ammoniak, Ethanolamin, Ethylendiamin, Di( $\beta$ -hydroxypropyl)-methylamin, Di-( $\beta$ -hydroxyethyl)-anilin, Hydrazin, sowie aus hydroxyalkylierten Phenolen, wie z.B. O,O-Di-
- 15 ( $\beta$ -hydroxyethyl)-resorcin, hergestellt werden.

Ebenso können hydroxylgruppenhaltige Polyurethane und/oder Polyharnstoffe eingesetzt werden.

Als Polyhydroxylverbindungen können selbstverständlich Gemische mehrerer Stoffe eingesetzt werden.

- 20 Zu den Hilfsmitteln in den erfindungsgemäßen pulverförmigen Bindemitteln zählen Pigmente und Füllstoffe sowie Substanzen zur Verbesserung des Verlaufs und zur Vermeidung von Oberflächenstörungen, wie z.B. Silikonöle, p-Toluolsulfonsäureamid, flüssige Acrylatharze und Weichmacher sowie Katalysatoren.
- 25 Geeignete Katalysatoren sind die, die zur Herstellung der Uretidion-Polyadditionsverbindungen beschrieben wurden.

- Die Erweichungspunkte der erfindungsgemäßen Polyurethan-Pulverlack-Komponenten liegen so, daß sie sich bei Temperaturen zwischen etwa  $80^\circ\text{C}$  und etwa  $120^\circ\text{C}$  mit den zur Herstellung der erfindungs-
- 30 gemäßen Überzugsmittel notwendigen Zusätzen verarbeiten lassen.



Die Erweichungspunkte der Mischungen liegen andererseits so, daß sie zu nichtklumpenden, freifließenden Pulvern mit einer Teilchengröße von etwa 20 bis etwa 120  $\mu$  vermahlen werden können.

- 5 Die pulverförmigen Überzugsmittel können in geeigneten Mischaggregaten, z.B. in Rührkesseln oder Mischschnecken (Extrudern), hergestellt werden und zu Pulvern verarbeitet werden, die in üblicher Weise, insbesondere nach dem elektrostratischen Pulverspritzverfahren (EPS-Verfahren) auf
- 10 Unterlagen aufgetragen werden.

Die Lackfilme härten durch Erhitzen auf Temperaturen oberhalb 120 °C, vorzugsweise zwischen etwa 160 °C und 200 °C rasch zu harten und glatten Überzügen aus.

## Herstellungsbeispiele

### A Isocyanatkomponente

#### 1) Herstellung des Uretdiongruppen-haltigen Isophorondiisocyanats

100 Gew.-T. IPDI wurden mit 0,1 Gew.-T. Tris-(dimethyl-amino)-phosphin versetzt und 20 h bei Raumtemperatur stehen gelassen. Der NCO-Gehalt des Gemisches nach dieser Zeit betrug 31 Gew.-%, d.h., daß ca. 40 % des eingesetzten IPDI reagiert hatten. Anschließend wurde dieses Gemisch der Dünnschichtdestillation bei 130 °C und 0,1 Torr unterworfen. Der Rückstand war katalysatorfrei und hatte einen NCO-Gehalt von 17,6 %. Wurde der Rückstand 30 - 60 Minuten bei 180 °C erhitzt, so stieg der NCO-Gehalt auf 37,1 - 37,7 %. Dieser "sogenannte Heißwert" war ein direktes Maß für den Gehalt an Uretdiongruppen im Reaktionsprodukt.

#### 2) Herstellung der IPDI-Uretdion-Addukte

##### Allgemeine Herstellungsvorschrift

Das gemäß A 1 hergestellte IPDI-Uretdiondiisocyanat wird vorgelegt, gegebenenfalls im Lösungsmittel wie Aceton, Methylenchlorid, Toluol oder Xylol und auf 50 ° - 100 °C erwärmt. Unter starkem Rühren und Inertgasatmosphäre fügt man dem Uretdiondiisocyanat das Glykol so zu, daß die Reaktionstemperatur 110 °C nicht übersteigt. Die Umsetzung, die durch titrimetrische NCO-Bestimmung kontrolliert wird, ist nach 2 - 5 Stunden bei ca. 100 °C beendet. Anschließend wird die zur teilweisen oder vollständigen Blockierung der freien NCO-Gruppen erforderliche Menge Alkohol zugefügt und bei 110 °C die Reaktion zu Ende geführt. Der Reaktionsablauf wird ebenfalls mittels titrimetrischer NCO-Bestimmung kontrolliert. Nach Abkühlen, gegebenenfalls Absaugen und Trocknen und gegebenenfalls Zerkleinern der Reaktionsprodukte erhält man schwach gelbliche, freifließende Pulver. Die IR-Spektren der Vernetzerprodukte

weisen bei  $1760 - 1780 \text{ cm}^{-1}$  die charakteristischen, intensive Bande der Uretidiongruppe auf; je nach Blockierungsgrad sind keine oder nur schwach ausgeprägte NCO-Banden IR-spektroskopisch nachweisbar.

Uretidion - Addukte

Beispiel A 2	Ausgangskomponenten			Reaktionsprodukte			
	IPDI-Uretidion Mol	Diol Mol	Alkohol Mol	Gesamt NCO-%	Freie NCO-%	Schmelzpunkt °C	DTA °C
1	3	B* 2	AH* 1	16,68	1,05	104 - 108	55 - 65
2	3	B* 2	AH* 2	15,21	0,48	95 - 100	53 - 58
3	4	B* 3	AH* 1	17,81	1,62	110 - 115	56 - 61
4	4,5	B* 3,5	AH* 1	17,88	1,2	107 - 118	62 - 69
5	4,5	B* 3,5	AH* 2	16,2	0,2	104 - 110	60 - 70
6	4,5	B* 3,5	M* 2	16,8	0,4	108 - 117	58 - 67
7	4,5	B* 3,5	A* 2	16,7	0,3	106 - 111	59 - 68
8	4,5	EG* 3,5	AH* 2	16,4	0,35	108 - 119	61 - 71
9	4,5	HD* 3,5	AH* 2	15,8	0,51	102 - 107	58 - 63
10	4,5	MP* 3,5	AH* 2	15,7	0,41	101 - 109	57 - 66
11	4,5	B* 3,5	M* 1	18,1	1,3	110 - 115	62 - 78

B\* = Butandiol-1,4; M\* = Methanol; A\* = Äthanol; AH\* = 2-Äthylhexanol;

MP\* = 3-Methylpentandiol-1,5; EG = Äthylenglykol;

## B Polyolkomponente

### Allgemeine Herstellungsvorschrift

Die Ausgangskomponenten - Terephthalsäure (Ts), Dimethylterephthalat (DMT), Hexandiol-1.6 (HD), Neopentylglykol (NPG), 1,4-Dimethylolcyclohexan (DMC) und Trimethylolpropan (TMP) - wurden in einen Reaktor gegeben und mit Hilfe eines Ölbad es erwärmt. Nachdem die Stoffe zum größten Teil aufgeschmolzen waren, wurden bei einer Temperatur von 160 °C 0,05 Gew.-% Di-n-butylzinn-oxid als Katalysator zugesetzt. Die erste Methanolabspaltung trat bei einer Temperatur von ca. 170 °C auf. Innerhalb 6 - 8 Stunden wurde die Temperatur auf 220 ° - 230 °C erhöht und innerhalb weiterer 12 - 15 Stunden die Reaktion zu Ende geführt. Der Polyester wurde auf 200 °C abgekühlt und durch Anlegen von Vakuum (1 mm Hg) innerhalb 30 - 45 Minuten weitgehend von flüchtigen Anteilen befreit. Während der gesamten Reaktionszeit wurde das Sumpfprodukt gerührt und ein schwacher N<sub>2</sub>-Strom durch das Reaktionsgemisch geleitet.

Folgende Tabelle gibt Polyesterzusammensetzungen und die entsprechenden physikalischen und chemischen Kenndaten wieder.

Polyester

Beisp.	Ausgangskomponenten						chemische u. physikalische Kenndaten				
	Ts Mol	DMT Mol	HD Mol	NPG Mol	DMC Mol	TMP Mol	OH-Zahl mg KOH/g	Säurezahl mg KOH/g	Schmelzpunkt °C	DTA °C	Visk.b. 160°C mPa·s
1	11	11	9,75	11	-	2,9	50 - 55	3 - 4	ca. 75	ca. 50	~ 22000
2	10	10	6,25	10,5	2	2,9	55 - 60	2 - 4	ca. 75	ca. 50	~ 25000
3	12	12	8	10,25	4,5	2,9	44 - 48	3 - 4	ca. 75	ca. 50	~ 25000
4	-	9	-	4	3,75	2,5	100 - 105	< 2	ca. 85	ca. 59	~ 20000

# C) Blockierungsmittelfreie Polyurethan-Pulverlacke

## Allgemeine Herstellungsvorschrift

Die gemahlenen Produkte, IPDI-Urettdion-Addukt, Polyester, Verlaufmittel\*-Masterbatch, Katalysator\*-Masterbatch werden gegebenenfalls mit dem Weißpigment und gegebenenfalls Füllstoffen, in einem Kollergang innig vermischt und anschließend im Extruder bei 100 - 130 °C homogenisiert. Nach dem Erkalten wird das Extrudat gebrochen und mit einer Stiftmühle auf eine Korngröße < 100 µ gemahlen. Das so hergestellte Pulver wird mit einer elektrostatischen Pulverspritze bei 60 KV auf entfettete, gegebenenfalls vorbehandelte Eisenbleche appliziert und in einem Umlufttrockenschrank bei Temperaturen zwischen 160 ° und 200 °C eingebrannt.

Die IR-Spektren der Pulverlacke weisen keine NCO-Banden bei 2400 cm<sup>-1</sup> auf. Die freien NCO-Gruppen haben während des Extrudierprozesses reagiert.

### \* Verlaufmittel-Masterbatch:

15 Es werden 10 Gew.-% des Verlaufmittels - ein handelsübliches Copolymeres von Butylacrylat und 2-Äthylhexylacrylat - in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

### \* Katalysator-Masterbatch:

20 Es werden 5 - 10 Gew.-% des Katalysators, z.B. Dibutylzinndilaurat, in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

Die Abkürzungen in den folgenden Tabellen bedeuten:

SD	=	Schichtdicke in µm	
HK	=	Härte n. König in sec	(DIN 53 157)
25 HB	=	Härte n. Buchholz	(DIN 53 153)
ET	=	Tiefung n. Erichsen in mm	(DIN 53 156)
GS	=	Gitterschnittprüfung	(DIN 53 151)
GG 60 °	=	Messung des Glanzes n. Gardner	(ASTM-D 523)
Imp. rev.	=	Impact reverse in inch-lb	

# Beispiel 1

## Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

- 181,34 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2  
598,66 Gew.-T. Urettdien-Isocyanat gemäß A 21  
600,00 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,00 Gew.-T. Verlauffmittel - Masterbatch  
10 45,00 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8°/200 °C	60 - 80	174	91	7,5 - 8,1	0	60	89
	10°/200 °C	70 - 90	178	100	10,0 - 10,7	0	80	91
	15°/200 °C	55 - 85	177	111	10,5 - 11,1	0	> 82	90
20	15°/180 °C	75 - 100	176	100	9,2 - 9,5	0	60	92
	20°/180 °C	70 - 80	175	91	9,7 - 10,7	0	> 82	91
	25°/180 °C	60 - 75	177	111	11,5	0	> 82	94
	20°/170 °C	55 - 85	179	111	8,9 - 9,6	0	50	89
	25°/170 °C	75 - 90	174	100	10,4 - 11,1	0	70	92
	30°/170 °C	65 - 80	180	100	10,8 - 11	0	> 82	91
30°/160 °C		70	178	100	4,5 - 5,1	0	20	90
35°/160 °C		70 - 80	176	91	6,9 - 7,1	0	30	92



## Beispiel 2

### Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 170 und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

- 275,8 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 4  
504,2 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 21  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlauffmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°	
15	8°/200 °C	60 - 90	180	91	7,1 - 88	0	50	94
	10°/200 °C	80 - 90	184	100	9,4 - 10,1	0	70	90
	15°/200 °C	70 - 80	179	100	10,2 - 11,1	0	> 82	91
20	15°/180 °C	70 - 85	180	100	6,8 - 7,9	0	40	89
	20°/180 °C	90 - 100	178	100	9,4 - 10,2	0	70	91
	25°/180 °C	60 - 80	183	111	9,9 - 11	0	> 82	90
	20°/170 °C	70 - 90	184	91	6,9 - 7,5	0	50	90
	25°/170 °C	80 - 85	179	100	9,1 - 9,6	0	60	89
	30°/170 °C	60 - 70	181	100	10,2 - 10,5	0	> 82	91

### Beispiel 3

#### Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

584,8 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2  
195,2 Gew.-T. Uretion-Isocyanat gemäß A 22  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlauffmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

	Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten					
		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.
15	8°/200 °C	70 - 80	178	91	9,1 - 9,4	0	50
	10°/200 °C	60 - 80	177	100	10,6	0	> 82
	15°/200 °C	70 - 90	180	100	10,7 - 11,1	0	> 82
20	15°/180 °C	80	178	100	9,0 - 9,7	0	60
	20°/180 °C	60 - 75	181	100	9,4 - 10,0	0	80
	25°/180 °C	65 - 80	179	111	10,7	0	> 82
	20°/170 °C	80 - 90	176	91	8,9 - 9,7	0	70
	25°/170 °C	75 - 95	179	100	10,4 - 11,1	0	> 82
	30°/170 °C	60 - 80	177	100	10,2 - 11,4	0	> 82
	30°/160 °C	55 - 75	180	91	4,8 - 5,1	0	30
	35°/160 °C	60 - 75	177	91	7,2 - 7,5	0	30

Beispiel 4

Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebraunt.

- 5
- 486,2 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 4  
 293,8 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 22  
 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
 10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8°/200 °C	70 - 90	184	100	7,9 - 9,1	0	60	94
	10°/200 °C	80	187	100	10,6 - 11,5	0	> 82	92
	15°/200 °C	60 - 70	183	111	10,3 - 11	0	> 82	93
20	15°/180 °C	60 - 80	182	101	8,2 - 8,8	0	50	90
	20°/180 °C	70 - 80	186	91	9,9 - 10,7	0	70	94
	25°/180 °C	65 - 85	184	111	10,2 - 10,8	0	> 82	92
	20°/170 °C	70 - 90	180	91	8,4 - 8,6	0	40	92
	25°/170 °C	80 - 100	182	111	10,5 - 10,8	0	70	89
	30°/170 °C	80	180	100	11,1 - 11,4	0	> 82	94
	30°/160 °C	70 - 90	181	91	4,2 - 4,4	0	20	91
	35°/160 °C	60 - 70	186	100	6,2 - 6,3	0	30	92

Beispiel 5

Pigmentierter Lack

5 Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebraunt.

- 627,9 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 3
- 152,1 Gew.-T. Uretion-Isocyanat gemäß A 23
- 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)
- 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch
- 10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	50 - 80	174	91	7,9 - 9,1	0	40	90
	10'/200 °C	70 - 90	178	100	9,4 - 10,7	0	80	89
	15'/200 °C	60 - 70	172	111	10,4 - 11,1	0	> 82	94
20	15'/180 °C	55 - 75	181	100	9,0 - 9,2	0	60	92
	20'/180 °C	50 - 70	176	100	10,4 - 10,6	0	> 82	90
	25'/180 °C	60 - 80	178	100	10,0 - 11,0	0	> 82	94
	20'/170 °C	70 - 90	177	91	8,1 - 8,6	0	40	93
	25'/170 °C	60 - 70	180	91	9,9 - 10,5	0	70	90
	30'/170 °C	70 - 80	174	100	10,1 - 10,8	0	> 82	92
	30'/160 °C	50 - 60	176	91	5,1 - 6,1	0	30	91
	35'/160 °C	70	175	91	5,9 - 7,1	0	40	94

Beispiel 6Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebraunt.

608,45 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2

171,55 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 24

600,00 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)

75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch

45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8°/200 °C	60 - 90	174	91	8,9 - 9,4	0	60	88
10°/200 °C	70 - 80	179	100	10,2 - 10,4	0	80	90
15°/200 °C	80 - 100	176	100	9,9 - 11	0	80	92
15°/180 °C	50 - 70	177	100	8,7 - 9,2	0	50	93
20°/180 °C	70 - 80	180	91	10,0 - 10,5	0	70	89
25°/180 °C	60 - 90	177	111	10,2 - 11,1	0	>82	90
20°/170 °C	60 - 80	178	91	8,4 - 8,8	0	40	94
25°/170 °C	70 - 80	174	100	9,2 - 9,9	0	70	90
30°/170 °C	80	179	100	10,1 - 10,9	0	>82	93
30°/160 °C	50 - 70	174	91	4,7 - 5,1	0	30	92
35°/160 °C	70 - 80	179	100	5,2 - 6,2	0	40	94

Beispiel 7Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

628,44 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 3  
151,56 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 24  
600,00 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,00 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
45,00 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8'/200 °C	70 - 90	178	91	8,7 - 9,2	0	60	91
10'/200 °C	60 - 80	174	111	9,4 - 9,9	0	70	89
15'/200 °C	80	177	100	10,1 - 10,7	0	82	92
15'/180 °C	50 - 70	179	100	8,9 - 9,1	0	50	90 -
20'/180 °C	70 - 90	179	91	9,2 - 10,1	0	80	88
25'/180 °C	80 - 90	174	111	10,7 - 11,1	0	> 82	94
20'/170 °C	90	176	100	7,2 - 8,4	0	40	92
25'/170 °C	70 - 80	177	100	9,7 - 10,1	0	> 82	89
30'/170 °C	60 - 80	174	100	10,0 - 11,1	0	> 82	89
30'/160 °C	50 - 70	175	91	4,1 - 4,4	0	30	92
35'/160 °C	70 - 90	178	100	5,2 - 5,7	0	30	90

Beispiel 8Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
 5 gebrannt.

596,98 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 1  
 183,02 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 25  
 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
 10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

	Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8°/200 °C	60 - 80	180	100	9,8 - 10,2	0	80	91
	10°/200 °C	70 - 90	179	100	10,2 - 10,8	0	> 82	94
	15°/200 °C	65 - 80	181	111	> 11,5	0	> 82	92
20	15°/180 °C	70 - 80	182	100	9,4 - 9,9	0	70	96
	20°/180 °C	80	178	111	10,4 - 10,8	0	> 82	94
	25°/180 °C	60 - 80	180	111	10,7 - 11,4	0	> 82	95
	20°/170 °C	70 - 90	180	100	9,6 - 9,7	0	70	95
	25°/170 °C	60 - 80	179	100	10,2 - 10,7	0	> 82	94
	30°/170 °C	70 - 80	184	101	10,4 - 11,2	0	> 82	96
	30°/160 °C	60 - 70	183	100	5,8 - 6,2	0	40	96
	35°/160 °C	60 - 70	180	100	6,1 - 7,0	0	60	94

Beispiel 9

Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

594,4 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2  
185,6 Gew.-T. Uretion-Isocyanat gemäß A 25  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

10

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°	
15	8'/200 °C	60 - 80	181	100	9,9 - 10,2	0	80	95
	10'/200 °C	70 - 90	184	111	> 11,5	0	> 82	96
	15'/200 °C	60 - 70	182	111	> 11,5	0	> 82	96
20	15'/180 °C	70	180	100	9,6 - 9,9	0	70	97
	20'/180 °C	70 - 90	179	111	10,4 - 11,1	0	> 82	96
	25'/180 °C	60 - 70	183	125	> 11,5	0		95
	20'/170 °C	60 - 80	184	111	9,4 - 9,9	0	80	98
	25'/170 °C	50 - 70	186	125	10,2 - 10,9	0	> 82	97
	30'/170 °C	60 - 70	179	100	11,1 - 11,5	0	> 82	94
	30'/160 °C	50 - 70	180	91	6,2 - 6,8	0	50	95
	35'/160 °C	60 - 80	183	111	7,4 - 7,9	0	60	98



Beispiel 10Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160 und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

615,7 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 3  
164,3 Gew.-T. Urettdion-Isocyanat gemäß A 25  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlauffmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	70 - 90	179	100	8,9 - 9,9	0	70	90
	10'/200 °C	60 - 80	181	100	10,2 - 10,8	0	> 82	92
	15'/200 °C	60 - 90	178	100	> 11,5	0	> 82	89
20	15'/180 °C	65 - 75	179	100	9,2 - 9,8	0	70	96
	20'/180 °C	80 - 90	84	111	10,4 - 10,7	0	> 82	92
	25'/180 °C	60 - 80	179	111	> 11,5	0	> 82	94
	20'/170 °C	70 - 90	180	91	9,2 - 9,6	0	60	94
	25'/170 °C	55 - 85	182	100	10,4 - 10,7	0	> 82	94
	30'/170 °C	60 - 70	178	100	11,1 - 11,5	0	> 82	95
	30'/160 °C	70 - 80	181	91	5,1 - 5,7	0	40	92
	35'/160 °C	60 - 80	183	100	6,1 - 7,4	0	60	96

Beispiel 11Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-

5 gebrannt.

498,6 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 4  
 281,4 Gew.-T. Urettdion-Isocyanat gemäß A 25  
 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

10

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	60 - 70	186	91	7,8 - 8,4	0	60	95
	10'/200 °C	70 - 90	184	100	9,4 - 10,3	0	80	94
	15'/200 °C	65 - 85	188	100	10,2 - 11,1	0	> 82	92
20	15'/180 °C	60 - 80	188	100	8,0 - 8,8	0	70	93
	20'/180 °C	60 - 80	187	100	9,4 - 10,1	0	> 82	90
	25'/180 °C	60 - 80	186	111	10,0 - 10,6	0	> 82	92
	20'/170 °C	70 - 90	180	100	7,9 - 8,2	0	60	94
	25'/170 °C	80 - 90	184	100	9,2 - 9,9	0	70	90
	30'/170 °C	60 - 70	185	100	9,9 - 10,5	0	80	95
30'/160 °C		70 - 80	186	91	4,3 - 5,0	0	20	94
35'/160 °C		75 - 90	184	100	5,2 - 5,9	0	40	96

# Beispiel 12

## Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

599,7	Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B-2
180,3	Gew.-T. Uretdian-Isocyanat gemäß A 26
600,0	Gew.-T. Weißpigment (TiO <sub>2</sub> )
75,0	Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch
45,0	Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8°/200 °C	60 - 80	180	91	8,4 - 9,2	0	50	90
	10°/200 °C	70 - 80	178	100	10,2 - 10,5	0	70	94
	15°/200 °C	60 - 80	182	100	10,4 - 11,1	0	> 82	92
20	15°/180 °C	50 - 70	126	100	9,2 - 9,4	0	70	89
	20°/180 °C	60 - 70	182	91	10,4 - 11,2	0	> 82	94
	25°/180 °C	65 - 80	179	100	10,0 - 10,9	0	80	93
	20°/170 °C	60 - 70	184	91	8,7 - 9,2	0	60	91
	25°/170 °C	70 - 90	180	100	9,4 - 9,9	0	70	89
	30°/170 °C	80 - 95	183	111	10,2 - 10,5	0	80	93
	30°/160 °C	60 - 80	181	91	4,5 - 4,8	0	30	92
	35°/160 °C	70 - 80	179	100	5,7 - 6,5	0	40	90

Beispiel 13Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebraunt.

505,6 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 4  
 274,4 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 26  
 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8°/200 °C	70	182	91	8,1 - 8,8	0	40	91
10°/200 °C	60 - 90	187	100	9,5 - 10,0	0	70	96
15°/200 °C	55 - 80	184	100	10,2 - 10,9	0	> 82	94
15°/180 °C	60 - 80	186	100	7,9 - 8,7	0	40	94
20°/180 °C	60 - 80	186	91	9,0 - 9,5	0	70	92
25°/180 °C	70 - 80	188	100	10,2 - 10,7	0	80	94
20°/170 °C	50 - 70	184	100	8,1 - 8,3	0	50	95
25°/170 °C	70 - 90	180	100	9,4 - 10,0	0	60	91
30°/170 °C	60 - 80	187	111	10,2 - 10,5	0	70	94
30°/160 °C	50 - 70	183	91	3,9 - 4,5	0	20	90
35°/160 °C	60 - 70	184	91	4,7 - 5,2	0	40	92

# Beispiel 14

## Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebrannt.

598,8	Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2
181,2	Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A27
600,0	Gew.-T. Weißpigment (TiO <sub>2</sub> )
75,0	Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch
45,0	Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

10

15

20

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8°/200 °C	70 - 80	180	91	8,9 - 9,1	0	70	91
10°/200 °C	80	178	100	9,8 - 10,7	0	> 82	94
15°/200 °C	60 - 70	182	100	10,2 - 11,4	0	> 82	92
15°/180 °C	55 - 85	181	100	9,2 - 10	0	70	94
20°/180 °C	60 - 70	179	100	10,9 - 11,1	0	> 82	92
25°/180 °C	70 - 80	178	111	11,0 - 11,5	0	> 82	94
20°/170 °C	60 - 80	180	91	8,5 - 9,6	0	60	90
25°/170 °C	65 - 80	184	100	10,4 - 10,5	0	80	93
30°/170 °C	70 - 85	182	100	11,2 - 11,4	0	> 82	95
30°/160 °C	50 - 70	181	91	4,5 - 5,1	0	40	92
35°/160 °C	80 - 90	179	100	6,1 - 6,5	0	50	92

Beispiel 15Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-

5 gebrannt.

619,6 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 3  
160,4 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 27  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	70 - 80	180	91	8,4 - 9,6	0	60	90
	10'/200 °C	60 - 70	185	100	9,7 - 10,3	0	70	94
	15'/200 °C	60 - 70	183	100	10,4 - 11,1	0	> 82	96
	15'/180 °C	50 - 80	186	100	8,7 - 9,1	0	70	96
	20'/180 °C	70 - 90	184	100	10,0 - 10,4	0	82	93
	25'/180 °C	60 - 80	184	111	10,7 - 11,5	0	> 82	95
20	20'/170 °C	60 - 80	187	100	7,6 - 8,9	0	40	92
	25'/170 °C	70 - 80	182	100	9,2 - 10,0	0	70	90
	30'/170 °C	60 - 70	180	100	10,4 - 11	0	> 82	97
	30'/160 °C	70 - 85	182	91	4,2 - 5,1	0	30	93
	35'/160 °C	85 - 95	184	100	6,1 - 7,0	0	50	94

# Beispiel 16

## Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 170° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

- 501 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel 8 4
- 279 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 28
- 600 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)
- 75 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch
- 10 45 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

	Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	70 - 80	184	91	7,9 - 8,9	0	50	92
	10'/200 °C	80 - 90	188	100	8,8 - 9,8	0	70	90
	15'/200 °C	60 - 80	186	100	9,5 - 10,3	0	> 82	94
20	15'/180 °C	70 - 85	190	100	7,7 - 8,4	0	40	94
	20'/180 °C	70 - 80	187	91	9,2 - 9,4	0	60	90
	25'/180 °C	60 - 90	185	111	9,7 - 10,0	0	80	95
	20'/170 °C	80 - 90	187	100	7,9 - 8,4	0	50	92
	25'/170 °C	70 - 100	186	91	8,0 - 8,9	0	50	94
	30'/170 °C	65 - 80	190	100	9,7 - 10,0	0	> 82	93
	30'/160 °C	70 - 90	189	91	4,1 - 4,5	0	20	93
	35'/160 °C	60 - 80	188	100	5,7 - 6,3	0	30	92

Beispiel 17

Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160 und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

590,7 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2  
189,3 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A 29  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

15

20

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8'/200 °C	60 - 80	179	91	9,4 - 10,1	0	70	91
10'/200 °C	60 - 70	177	100	9,6 - 10,7	0	> 82	94
15'/200 °C	60 - 80	180	111	10,7 - 11,4	0	> 82	96
15'/180 °C	55 - 75	174	100	9,0 - 9,9	0	60	93
20'/180 °C	70 - 90	176	111	10,7 - 11,0	0	> 82	90
25'/180 °C	60 - 70	173	111	11,5	0	> 82	95
20'/170 °C	80	180	91	8,9 - 9,6	0	60	92
25'/170 °C	60 - 80	176	100	9,4 - 10,2	0	80	97
30'/170 °C	70 - 90	179	100	10,4 - 11,2	0	> 82	91
30'/160 °C	70 - 90	177	91	4,8 - 5,7	0	30	93
35'/160 °C	60 - 80	175	100	6,1 - 7,0	0	50	95



# Beispiel 18

## Pigmentierter Lack

Nach dem beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

612,3 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B3  
167,7 Gew.-T. Uretdion-Isocyanat gemäß A29  
600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
10 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8°/200 °C	70 - 90	178	91	8,7 - 9,5	0	60	91
10°/200 °C	80	177	100	9,4 -10,1	0	80	94
15°/200 °C	60 - 80	180	100	10,7 -11,1	0	> 82	90
15°/180 °C	70 - 80	180	100	8,1 - 8,8	0	40	94
20°/180 °C	60 - 70	176	100	9,2 -10,1	0	70	90
25°/180 °C	80 - 95	179	100	10,2 -10,9	0	> 82	94
20°/170 °C	70 - 90	177	91	7,9 - 9,1	0	30	92
25°/170 °C	80 - 100	181	100	8,8 - 10,0	0	70	96
30°/170 °C	60 - 80	179	100	10,0 - 11,0	0	82	94
30°/160 °C	55 - 75	180	91	3,8 - 5,0	0	20	91
35°/160 °C	60 - 70	178	100	5,1 - 6,7	0	40	93

Beispiel 19Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C eingebrannt.

610,2 Gew.-T. Polyester gemäß Beispiel B 2  
 169,8 Gew.-T. Urettdion-Isocyanat gemäß A 211  
 600,0 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)  
 75,0 Gew.-T. Verlaufmittel - Masterbatch  
 45,0 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

Einbrenn- bedingungen	Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.	SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
8'/200 °C	50 - 70	179	91	9,1 - 9,6	0	70	92
10'/200 °C	60 - 80	174	100	10,4 - 10,7	0	> 82	97
15'/200 °C	50 - 75	180	111	10,2 - 11,1	0	> 82	94
15'/180 °C	60 - 70	173	100	9,4 - 10,0	0	60	94
20'/180 °C	60 - 70	178	111	9,7 - 10,5	0	> 82	93
25'/180 °C	70 - 80	177	111	10,4 - 11,1	0	> 82	91
20'/170 °C	70	181	100	8,9 - 9,9	0	60	93
25'/170 °C	60 - 70	176	111	10,1 - 10,3	0	80	92
30'/170 °C	50 - 80	179	125	10,4 - 11,5	0	> 82	96
30'/160 °C	60 - 70	179	91	4,1 - 5,1	0	30	94
35'/160 °C	65 - 80	179	100	5,7 - 6,8	0	40	95

# Beispiel 20

## Pigmentierter Lack

Nach den beschriebenen Verfahren wurde der Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 160° und 200 °C ein-  
5 gebrannt.

629,97 Gew.-T. Polyester gemdB Beispiel B 3

150,03 Gew.-T. Uretion-Isocyanat gemdB A 211

600,00 Gew.-T. Weißpigment (TiO<sub>2</sub>)

75,00 Gew.-T. Verlauffmittel - Masterbatch

45,00 Gew.-T. Katalysator - Masterbatch

10

Einbrenn- bedingungen		Mechanische Kenndaten						
Zeit/Temp.		SD	HK	HB	ET	GS	Imp.rev.	GG 60°
15	8'/200 °C	70 - 90	174	91	8,7 - 9,6	0	60	91
	10'/200 °C	60 - 80	177	100	9,3 - 9,9	0	60	93
	15'/200 °C	70	181	111	10,0 - 10,7	0	> 82	97
20	15'/180 °C	70	181	100	8,9 - 10,0	0	> 82	94
	20'/180 °C	80	179	111	9,7 - 10,0	0	80	92
	25'/180 °C	60 - 70	172	125	10,1 - 11,0	0	82	96
	20'/170 °C	90	180	100	8,1 - 9,1	0	60	91
	25'/170 °C	60 - 80	180	91	9,4 - 10,0	0	70	94
	30'/170 °C	70 - 90	177	100	10,7 - 11,4	0	> 82	93
	30'/160 °C	65 - 85	176	91	4,5 - 6,1	0	30	90
	35'/160 °C	70 - 95	179	100	5,7 - 6,8	0	50	95

Die spritzfähigen, abspaltfreien Polyurethan-Pulver wiesen nach 7-tägiger Lagerung bei 40 °C eine gute bis sehr gute Rieselfähigkeit auf; nach 28-tägiger Lagerung noch gute Rieselfähigkeit

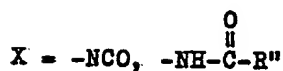
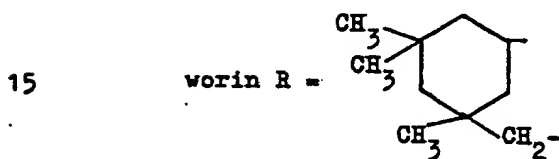
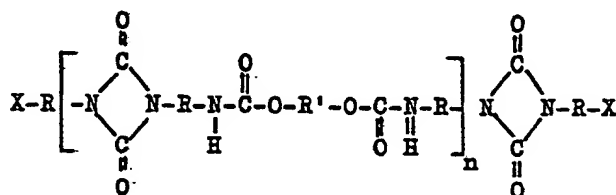
Die Lackfilme waren homogen und nadelstich- und blasenfrei. Die Oberfläche ist sehr gut verlaufen. Es trat kaum Orangenschaleneffekt auf. Je größer die OH-Funktionalität und je geringer der Blockierungsgrad, desto besser die Hydrolysestabilität.

Die einjährige Freibewitterung im Industrieklima führt zu keiner Veränderung der Flexibilität, Härte und Haftung. Die Prüfung im Xenotest 10 450 LF nach bis zu 3000 Stunden gemäß DIN 53 231 führte zu ausgezeichneten Ergebnissen. Glanz, Härte, Flexibilität erfuhren keine Veränderung.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von abspaltfreien Polyurethan-Pulverlacken mit hoher Lagerstabilität, die oberhalb 120 °C härter sind, auf Basis von linearen, irreversibel teilweise und vollständig blockierten Uretidiongruppen aufweisenden Polyadditionsverbindungen und Polyolen, d a d u r c h  
5 g e k e n n z e i c h n e t , d a ß

a. lineare, irreversible teilweise oder vollständig mit Monoalkoholen bzw. Monoaminen endständig blockierte Uretidiongruppen aufweisende Isophorondiisocyanat-Diol-Polyadditionsverbindungen, deren uretidionhaltiges Isophorondiisocyanat in der Hitze zu >98 % in Isophorondiisocyanat rückspaltbar ist,  
10



R' = zweiwertiger aliphatischer, cycloaliphatischer oder araliphatischer Kohlenwasserstoffrest des Diols und n ≥ 1

20 R'' = Monoalkoholrest oder primärer bzw. sekundärer Monoaminrest mit 1 - 30 C-Atomen bedeuten,

mit einem NCO/OH-Verhältnis von Uretidion-Isophorondiisocyanat zu Diol von 1 : 0,5 bis 1 : 0,9, insbesondere 1 : 0,6 bis 1 : 0,8, einem Uretidion/Diol-Molverhältnis zwischen 2 : 1 bis 6 : 5, vorzugsweise 3 : 2 bis 5 : 4, Molekulargewichten zwischen 1500 und 2000 und Schmelzpunkten von ≥ 70 °C  
25 bis ≤ 130 °C, vorzugsweise von 85 °C bis 120 °C, mit

- b. Polyhydroxylverbindungen einer OH-Funktionalität von  $\geq 3,4$  bis  $\leq 7$ , vorzugsweise 3,7 bis 4,5, einem mittleren Molekulargewicht von 2000 bis 5000, vorzugsweise von 2500 bis 4500, OH-Zahlen zwischen 30 und 100 mg KOH/g, vorzugsweise zwischen 40 und 80 mg KOH/g, einer Viskosität von  $< 100\ 000$  mPa·s, vorzugsweise  $< 40\ 000$  mPa·s, bei  $160\ ^\circ\text{C}$  und einem Schmelzpunkt von  $\geq 70\ ^\circ\text{C}$  und  $\leq 120\ ^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $75\ ^\circ\text{C}$  bis  $100\ ^\circ\text{C}$ , und mit
- 5
- c. in der Polyurethanchemie üblichen Additiven umgesetzt werden, wobei das Mengenverhältnis von a. und b. so gewählt wird, daß das NCO/OH-Verhältnis bei 0,8 : 1 bis 1,2 : 1 liegt.
- 10

2. Polyurethan-Pulverlacke hergestellt gemäß Anspruch 1.

7472/40-16



Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

045998

Nummer der Anmeldung

EP 81 20 0894

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	<u>FR - A - 2 298 566 (BAYER)</u> * Seiten 24,25; Ansprüche 1-7; Seite 2, Zeilen 19-32; Seite 5, Zeilen 6-33; Seite 6, Zeilen 16-34; Seite 7, Zeile 33 - Sei- te 8, Zeile 12; Seite 10, Zeile 21 - Seite 11, Zeile 17; Seite 14, Zeilen 1-15; Seite 15, Zeilen 5-23 *	1,2	C 08 G 18/80 18/79 C 09 D 3/72 C 08 G 18/75
D	& DE - A - 2 502 934 --		
	<u>FR - A - 2 268 840 (BAYER)</u> * Seiten 23,24; Ansprüche 1-4; Seite 7, Zeilen 3-16; Seite 9, Zeilen 13-22; Seite 12, Zeilen 18-32; Seite 13, Zeilen 3-23 *	1,2	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)  C 08 G 18/79 18/80 C 07 D 229/00
D	& DE - A - 2 420 475 --		
	<u>FR - A - 2 221 481 (BAYER)</u> * Seite 23; Ansprüche 1-4; Seite 5, Zeilen 12-23; Seite 7, Zeilen 11-27; Seite 9, Zeilen 1-11; Seite 10, Zeilen 31-38; Seite 12, Zeilen 21-37 *	1,2	
	& DE - A - 2 312 391 ----		
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patent- familie, übereinstimmendes Dokument
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt:			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	27-11-1981	VAN PUymbroeck	

EPA form 1503.1 06.78